

DISPERSE DYE COMPOSITION AND METHOD OF DYEING HYDROPHOBIC FIBER

Patent number: JP4164969
Publication date: 1992-06-10
Inventor: IZUTSU KIYOTO; MIKAWA AKIYOSHI; TSUNODA MITSUAKI
Applicant: NIPPON KAYAKU KK
Classification:
- international: C09B67/22
- european:
Application number: JP19900290898 19901030
Priority number(s): JP19900290898 19901030

Report a data error here

Abstract of JP4164969

PURPOSE:To obtain the title composition which gives a dyed material of light to dense color, such as beige, brown, dark red, green or orange, excellent in light fastness under severe conditions by mixing a plurality of specified disperse dyes. **CONSTITUTION:**The title composition is obtained by dispersing an yellow disperse dye (A) comprising a compound of formula I (wherein X1 and X2 are each H, Cl or Br; P1 is lower alkyl or aryl); a red disperse dye (B) comprising a mixture of at least two compounds selected from those of formula II [wherein R2 is CH₃ or C₂H₅; R3 is cyanoethyl or acetoxyethyl; R4 is acetoxyethyl, lower alkoxy (1-4C) alkyl, etc.], formula III [wherein R5 is OH, phenoxy or phenyl-substituted (1-6C) alkyl], formula IV [wherein R6 is H, OH, (substituted) alkoxy, etc.; R7 is H or CH₃], and formula V; and a blue disperse dye (C) comprising a mixture of at least two compounds selected from those of formula VI (wherein one of Y1 and Y2 is NH₂, and the other is OH; R8 is Br; n is 1 to 3), formula VII (wherein R9 is hydroxyethyl, H or Cl; one of Z1 and Z2 is NO₂, and the other is OH), and formula VIII (wherein Y3 is O or NH; R10 is lower alkoxy, etc.).

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑤Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬公開 平成4年(1992)6月10日

C 09 B 67/22

Z

7306-4H

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全12頁)

⑭発明の名称 分散染料組成物および疎水性繊維の染色法

⑰特 願 平2-290898

⑱出 願 平2(1990)10月30日

⑲発明者 井 筒 清 登 埼玉県与野市上落合1090
 ⑲発明者 三 河 明 義 埼玉県浦和市上木崎3-11-15-613
 ⑲発明者 角 田 光 昭 埼玉県南埼玉郡白岡町西10-2-21
 ⑲出 願 人 日本化薬株式会社 東京都千代田区富士見1丁目11番2号

明 細 書

選ばれる少くとも2種以上の混合物

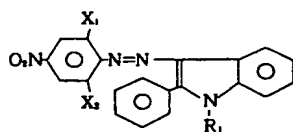
1. 発明の名称

分散染料組成物および疎水性繊維の染色法

2. 特許請求の範囲

1. (A) 黄色分散染料と(B) 赤色分散染料
 または/および(C) 青色分散染料を含有する
 分散染料組成物。

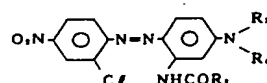
(A) 黄色分散染料 : 式(1)で示される
 化合物。



(1)

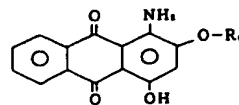
(式中、X₁、X₂それぞれ独立に水素原子、
 塩素原子または臭素原子を、R₁は低級アル
 キル基またはアリル基をそれぞれ表す。)

(B) 赤色分散染料 : 式(2)、式(3)、
 式(4)および式(5)で示される化合物の群から



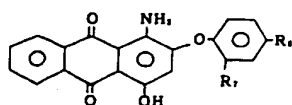
(2)

(式中、R₂はメチル基又はエチル基を表し、
 R₃はシアノエチル基、又はアセトキシエ
 チル基を表し、R₁はアセトキシエチル基、
 低級アルコキシ(C₁₋₄)アルキル基、又は
 低級アルコキシ(C₁₋₄)エトキシエチル基
 を表す。)



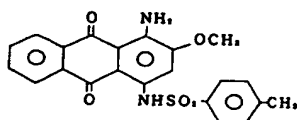
(3)

(式中R₄は、水酸基、フェノキシ基又はフ
 ェニル基で置換されたアルキル(C₁₋₄)基
 を表す)

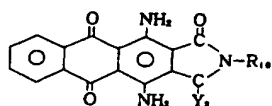


(4)

(式中、 R_1 は水素原子、水酸基、置換されていてもよいアルコキシ基、置換されていてもよいアルキル基、アルキル置換アミノスルホニル基、アルコキシアルキル置換アミノスルホニル基、またはアシルオキシ基を表す。(アルコキシ基の置換基としてはカルボアルコキシ基又はアシル基が、アルキル基の置換基としては、カルボアルコキシ基が選ばれる)(R_1 は水素原子又はメチル基を表す。)



(5)



(8)

(式中、 Y_1 は酸素原子またはイミノ基を、 R_1 は分岐していてもよい低級アルコキシアルキル基、又は低級アルコキシアルコキシアルキル基を表す。)

2. 特許請求の範囲第1項に記載の分散染料組成物を用いることを特徴とする疎水性繊維の染色法
3. 特許請求の範囲第1項に記載の(A)の黄色分散染料と(B)の赤色分散染料および又は(C)の青色分散染料を用いることを特徴とする疎水性繊維の染色法。

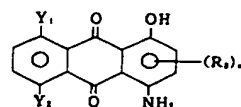
3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は、分散染料組成物及び疎水性繊維の染色法に関する。

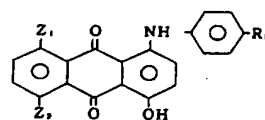
従来の技術

(C) 青色分散染料 : 式(6)、式(7)および式(8)で示される化合物の群から選ばれる少なくとも2種以上の混合物



(6)

(式中、 Y_1 、 Y_2 は一方は NH_2 、他方は OH を、 R_2 は臭素原子を、 n は1~3の整数をそれぞれ表す。)



(7)

(式中、 R_2 はヒドロキシエチル基、水素原子又は塩素原子を、 Z_1 、 Z_2 は、一方は NO_2 、他方は OH をそれぞれ表す。)

近年、ポリエステル繊維素材はその優れた耐熱性および耐光性から自動車用内装素材としての用途が増加してきている。それにつれて、その着色剤である分散染料に対しても一段と優れた耐光堅ろう度が求められるようになった。耐光堅ろう度は、従来JIS-L0842に規定する温度 $63 \pm 3^\circ C$ で行っているが、特に自動車内装用途では、例えば $83 \pm 3^\circ C$ の高温下で、しかも300~600時間の露光に耐える耐光堅ろう度が要求されている。更に、自動車内装用途の中でも自動車シートとしての用途では耐熱性を有するウレタンフォーム上にポリエステル繊維材料を張って使用していることから $80^\circ C$ 以上の高温になることも少なくなく更に過酷な条件に耐える染料が求められている。

一般的に、分散染料の中で、耐光堅ろう度の比較的良好なものはアントラキノン系やキノフタロン系の染料であるがそれらは概して着色力が劣るのが欠点である。また着色力に優れるという長所を有するアゾ系の分散染料は一般的には

アントラキノン系やキノフタロン系に比べ耐光堅ろう度が劣るという傾向がある。殊に前記したような自動車用内装素材としては、淡色から濃色の染色物が要求されるので着色力に優れた分散染料で淡色から濃色まで耐光堅ろう度の優れる染料の開発が強く望まれている。

発明が解決しようとする課題

現在、自動車内装素材用で耐光堅ろう度の優れた分散染料による染色は、淡色用としてアントラキノン系や、更に一部キノフタロン系の染料を配合したものを使用しており、中濃色用としては一部アゾ系を配合したものを使用している。しかし、淡色用染料においてはカラーバリエーションが劣り、中濃色の色相をもつ染色物を得ようとすると染料の使用量が著しく増えコストが非常に高くなる。たとえ中濃色の色相をもつ染色物が得られたとしても、その耐光堅ろう度は劣る水準である。また、中濃色用染料として用いられるアゾ系分散染料では淡色での染色物の耐光堅ろう度が劣る傾向がある。

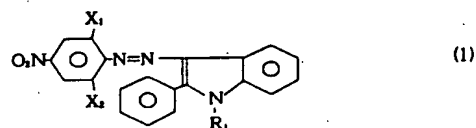
課題を解決するための手段

本発明者らは自動車内装用途のような過酷な条件下で、淡色から濃色の範囲まで耐光試験に耐える高耐光堅ろう度を有する分散染料について鋭意検討した結果、特定の分散染料を同時に使用することでベージュ色や茶色、エンジ色、グリーン色、オレンジ色等の淡色から濃色の範囲で耐光堅ろう度が優れる染色物が得られることを見出し、本発明に至ったものである。

即ち本発明は

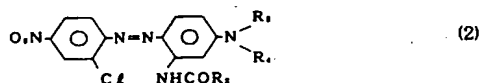
1. (A) 黄色分散染料と (B) 赤色分散染料または / および (C) 青色分散染料を含有する分散染料組成物。

(A) 黄色分散染料 : (I) で示される化合物。

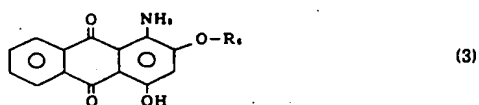


(式中、 X_1 、 X_2 はそれぞれ独立に水素原子、塩素原子または臭素原子を、 R_1 は低級アルキル基またはアリル基をそれぞれ表す。)

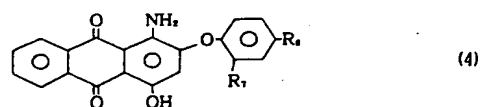
(B) 赤色分散染料 : 式(2)、式(3)、式(4)および式(5)で示される化合物の群から選ばれる少なくとも2種以上の混合物。



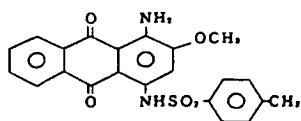
(式中、 R_1 はメチル基又はエチル基を表し、 R_2 はシアノエチル基、又はアセトキシエチル基を表し、 R_3 はアセトキシエチル基、低級アルコキシ (C_{1-4}) アルキシ基、または低級アルコキシ (C_{1-4}) エトキシエチル基を表す。)



(式中、 R_1 は水酸基、フェノキシ基、又はフェニル基で置換されたアルキル (C_{1-4}) 基を表す)

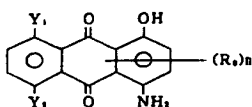


(式中、 R_1 は水素原子、水酸基、置換されていてもよいアルコキシ基、置換されていてもよいアルキル基、アルキル置換アミノスルホニル基、アルコキシアルキル置換アミノスルホニル基、またはアシルオキシ基を表す。(アルコキシ基の置換基としてはカルボアルコキシ基又はアシル基が、アルキル基の置換基としては、カルボアルコキシ基を選ばれる) R_2 は水素原子又はメチル基をそれぞれ表す。)



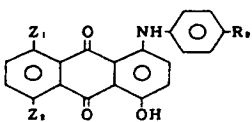
(5)

(C) 青分散染料 : 式(6)、式(7)および式(8)で示される化合物の群から選ばれる少なくとも2種以上の混合物。



(6)

(式中、Y₁、Y₂は一方はNH、他方はOHを、R_nは臭素原子を、nは1~3の整数をそれぞれ表す。)



(7)

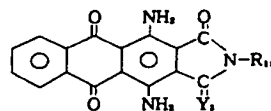
化合物は赤色染料成分として、式(6)~(8)で示される化合物は青色染料成分として用いられ、式(1)の化合物と、式(2)と式(3)、(4)および式(5)で示される化合物の群から選ばれる少なくとも2種の化合物と、式(6)と式(7)および式(8)で示される化合物の群から選ばれる少なくとも2種の化合物とからなる混合物を含有してなる染料組成物又はこれらの染料を用いる染色法は好ましい態様の一例である。

本発明は、分散染料で染色された染色物が日光照射を受けることにより褪色および変色を生じる染料及び染料組成物に対して、淡色から濃色で染色されても染色物が同条件下で日光照射を受けても褪色および変色の小さい染料を組み合わせることによって結果として高耐光性染料及び染料組成物を得る処方である。

本発明において褪色とは染色物の濃度が低下する場合をいい、変色とは染色物の色相が変わる場合をいう。

従来、一般に黄色染料として式(9)

(式中、R₁はヒドロキシエチル基、水素原子、又は塩素原子を、Z₁、Z₂は、一方はNO₂、他方はOHをそれぞれ表す。)

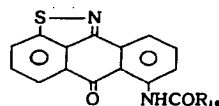


(8)

(式中、Y₁は酸素原子またはイミノ基を、R₁は分岐していてもよい低級アルコキシアルキル基、又は低級アルコキシアルコキシアルキル基を表す。)

2. 前記第1項に記載の分散染料組成物を用いることを特徴とする疎水性繊維の染色法
3. 前記第1項に記載の(A)の黄色分散染料と(B)の赤色分散染料および又は(C)の青色分散染料を用いることを特徴とする疎水性繊維の染色法を提供する。

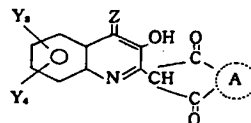
本発明において、前記式(1)で示される化合物は黄色染料成分として、式(2)~(5)で示される化



(9)

(式中、R₁はアルキル(C₁~C₄)またはフェニルを表す。)

で示される化合物や式(10)



(10)

(式中、Z₁、Y₁、Y₂はそれぞれ独立に水素またはハロゲン、環Aはカルボン酸エステル基で置換されていてもよいベンゼン環またはナフタレン環を表す。)

で示される化合物が市場で用いられている。式(9)の化合物は耐光性に優れたもののカラーバリエーションが劣り、式(10)の化合物は耐光性が劣り単独では用いられず、式(9)と式(10)の混合物として使

用されることが多い。これら、従来の分散染料を使用すると、その染色物の耐光堅ろう度は淡色分野では優れた耐光堅ろう度を有しているが、カラーバリューが劣り、中濃色の色相を得ようとするとコスト高となる。また、これらにより中濃色に染色された染色物は褪色および変色が大きく十分満足すべき耐光堅ろう度を得ることは困難であった。一方、式(1)は耐光性に優れただけでなく式(9)に比べカラーバリューも優れている。それにもまして優れている点は式(1)の黄色成分に式(2)、式(3)、式(4)、式(5)の赤成分や式(6)、式(7)、式(8)の青成分の染料を適量配合して使用することによって、これまで不十分とされていた、ベージュ色、茶色、エンジ色、オレンジ色、グリーン色等の淡色から濃色分野までの広い範囲において極めて優れた耐光堅ろう度を得られる点である。

式(1)の代わりに式(9)、式(10)を用いて同様に赤成分、青成分を配合した染色物の耐光堅ろう度は式(1)を用いた場合に比べ顕著に劣っていた。

を上げれば式(2)：式(3)：式(4)：式(5)＝(5～30)：(95～70)：(95～70)：(95～70)が好ましい。

そして、本発明の分散染料組成物は個々の化合物を別々に常法により微粒子化処理してから前記のような混合割合に混合するか、式(1)～式(8)で示される化合物(染料原末)をあらかじめ所望の割合に混合し常法により微粒子化処理することによって得られる。

以上のようにして、耐光試験の照射後の変色がほとんどなく、照射後濃度低下が少なく、極めて優れた耐光堅ろう度を得ることができる。

ポリエステル繊維の染色において、紫外線吸収剤を併用することにより更に耐光性の優れた染色物を得ることもできる。本発明で用いることができる紫外線吸収剤として次のものをあげることができる。

2-(2'-ヒドロキシフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール

2-(2'-ヒドロキシ-4'-メチルフェ

これは驚くべきことである。式(1)の化合物と前記で定義される赤色染料または／および青色染料の組み合わせで照射処理後の褪色および変色が殆どなく見掛け上極めて優れた耐光堅ろう度を得ることができた。また、式(1)を配合成分として用いることにより中濃色におけるカラーバリューが高いため染料使用量が少なく済み、価格メリットが極めて大きい。

本発明において、用いられる赤色分散染料は、式(2)、式(3)、式(4)、式(5)のうちの少なくとも2種以上の化合物からなる。

また、青色分散染料は、式(6)、式(7)、式(8)のうち少く共2種以上の化合物からなる。

(A) 黄色分散染料と(B) 赤色分散染料または／及び(C) 青色分散染料の配合比率、また赤色分散染料組成物中、青色分散染料組成物中の配合比率に特に制限はない。

例えば、(A)、(B)、(C)の配合割合は染色する色調によって種々変動出来る。また赤色分散染料組成物中における配合比率の1例

ニル)-5-クロロベンゾトリアゾール

2-(2'-ヒドロキシ-3'-ターシャルブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール

2-(2'-ヒドロキシ-5'-ターシャルオクチルフェニル)ベンゾトリアゾール

2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジターシャルブチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール

2-(2'-ヒドロキシ-3'-5'-ジターシャルブチルフェニル)ベンゾトリアゾール

2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジターシャリアミルフェニル)ベンゾトリアゾール

2, 2'-ヒドロキシ4, 4'-ジメトキシベンゾフェニル

2, 2'-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン

2, 2'-ヒドロキシ4, 4'-ジエトキシベンゾフェノン

ビス(5-ベンゾイル-4-ヒドロキシ-2-メトキシフェニル)メタン

これらの化合物は1種または2種以上混合して使用することができる。添加量は特に制限ないが、好ましくは使用繊維の重量に対して0.5～8.0%重量比である。これらの紫外線吸収剤は常法により微粒子化処理を施した上で必要により染浴に添加される。

本発明の、染色方法においては前記した染料組成物又は染料を用いること以外はそれ自体公知の方法に従って行うことができる。例えば、ポリエステル繊維を染色する場合は、先ず、必要な濃度を得ることのできる量の本発明の分散染料組成物と必要に応じて紫外線吸収剤を加えた染色浴を酢酸または酢酸と酢酸ナトリウムからなるpH緩衝水溶液でそのpHを好ましく4～7に調整する。必要に応じて若干量の公知の金属イオン封鎖剤、均染剤などを染浴に加えた後、被染物を投入し、攪拌しながら染浴の温度を除々に昇温し(たとえば1分間に1～3℃)、

100℃以上の所定の温度(たとえば110～140℃)で通常30～90分間染色する。浴比は通常1:30が採用される。この染色時間は染着の状態により短縮することができる。又、式(1)～式(8)の化合物をそれぞれ微粒子化処理して得た染料を前記したような割合で、水に直接加えて染色浴を調製し以下前記と同様にして染色を行うことも出来る。染色終了後、冷却し、水洗し、必要に応じて還元洗浄し、水洗、乾燥して仕上げる。また、捺染の場合は、微粒子化された染料の分散液を公知の糊と共に練りあわせ、これを布に印捺、乾燥した後スチーミングまたは乾燥処理を行う。この場合使用する紫外線吸収剤はベンゾフェノン系のものが好ましい。本発明において疎水性繊維としてはポリエステル繊維、アセテート繊維が挙げられるがこの好ましいものはポリエステル繊維である。

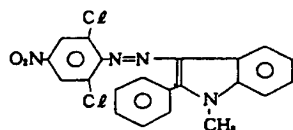
実施例

以下、実施例によって本発明を更に具体的に説明する。文中、部、%はそれぞれ重量部、重量%

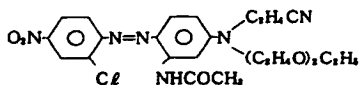
量%を意味する。

微粒子化例1

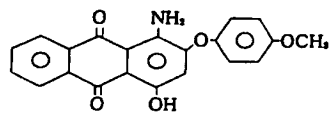
下記式(1)、式(2)、式(3)、式(4)、式(5)、式(6)、式(7)、式(8)及び式(9)で示される染料(原料)の各々につき、その15部デモールN20部(花王製分散剤)、デモールC15部(花王製分散剤)および水80部を別々に混合し、サンドグラインダーを用いて最大径5μ以下になるまで微粒子化し、乾燥することにより各々の染料の微粒子化物を得た。



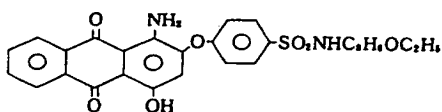
(1)



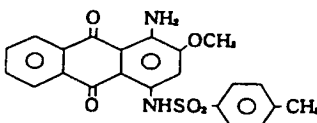
(2)



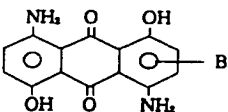
(3)



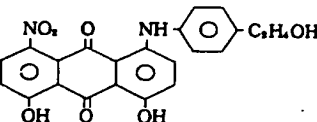
(4)



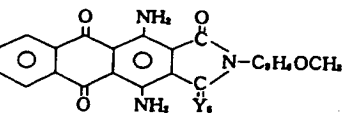
(5)



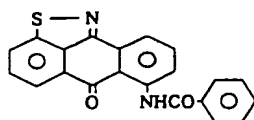
(6)



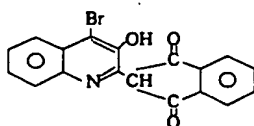
(7)



(8)



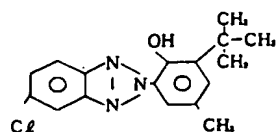
01



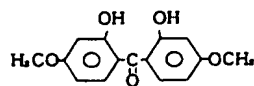
02

微粒子化例 2

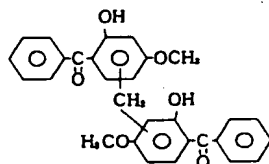
下記式(21)、式(22)および式(23)で示す紫外線吸収剤につき各々の原体 3.0 部、デモール N 2.0 部（花王製分散剤）、デモール C 1.0 部（花王製分散剤）および水 4.0 部を別々に混合し、サンドグラインダーを用いて最大径 5 μ 以下になる微粒子化し、各々の液状の微粒子化紫外線吸収剤を得た。



(21)



(22)



(23)

微粒子化例 3

前記式 01 で示される染料（原末）を 7.9 部、同じく式 02 を 0.2 部、式 03 を 0.6 部、式 04 を 0.6 部、式 05 を 0.6 部、式 06 を 1.7 部、式 07 を 1.7 部、式 08 を 1.7 部、デモール N（前記と同じ）を 2.0 部、デモール C（前記と同じ）を 1.5 部、及び水 8.0 部を混合し、微粒子化例 1 と同様にして微粒子化、乾燥を行い、微粒子化物を

得た。

微粒子化例 4

前記式 01 で示される染料（原末）を 6.0 部、同じく式 06 を 3.0 部、式 07 を 3.0 部、式 08 を 3.0 部、デモール N（前記と同じ）を 2.0 部、デモール C（前記と同じ）を 1.5 部、及び水 8.0 部を混合し、微粒子化例 1 と同様に 12 微粒化、乾燥を行い、微粒子化物を得た。

実施例 1

微粒子化例 1 で調製した式 01～式 04 の染料（使用量は表-1 に示す）及び微粒子化例 2 で調製した式(21)の紫外線吸収剤 2 部を含有する 3000 部の染料分散液の染浴を作り、酢酸と酢酸ナトリウムにより染浴の pH を 5 に調整する。染浴にポリエステル繊維起毛織物 100 部を投入し、60℃ から 1 分間毎に 1℃ の割合で昇温し 130℃ で 60 分間染色し、通常の方法で還元、洗浄し乾燥する。得られた染色物はベージュ色であった。

比較例 1 として、式 01 および式 02 および式 08

の化合物を省き式 09 の化合物を用いて前記と同様の方法で染色し染色物を得た。

更に比較例 2 として、式 01 および式 02 および式 09 の化合物を省き式 04 の化合物を用いて前記と同様の方法で染色し染色物を得た。

更に比較例 3 として、式 01 および式 02 および式 09 の化合物を省き式 04 および式 09 の混合物を用いて前記と同様の方法で染色し染色物を得た。

実施例と比較例における染色物の染色濃度が同濃度になるように式 09 及び式 04 の染料の使用量を調整した。

実施例 2～4

微粒子化例 1 で調製した式 01～式 04 の微粒子化染料（使用量は表-2～表-4 に示す）及び式(21)の微粒子化した紫外線吸収剤を用いて実施例 1 と同様にポリエステル布を染色した。比較例 4～12 はそれぞれ、式 01、式 02、式 09 の化合物を省き、式 09、式 04 の化合物を用いて同様に染色した。（使用染料及び使用量は表-2～表-4 に示す。）

実施例と比較例における染色物の染色濃度が合う様調整した。

表-1、2、3、4に示す様に実施例1、2、3、4はそれぞれ比較例と比べ耐光堅ろう度が優れていた。特に中濃色では著しく優れていた。

また、実施例における染料の使用量も比較例に用いる染料使用量の約50%で同濃度が得られた。

表-3 茶色(濃色)

	染料の組み合わせ(部)										耐光 堅ろう度
	式 00	式 01	式 02	式 03	式 04	式 05	式 06	式 07	式 08		
実施例3	0.85	-	-	0.04	0.13	0.13	0.13	0.40	0.40	0.40	4級
比較例7	-	2.04	-	-	0.33	0.33	0.33	1.70	1.70	-	2-3級
比較例8	-	-	2.04	-	0.33	0.33	0.33	1.70	1.70	-	2-3級
比較例9	-	1.02	-	-	0.33	0.33	0.33	1.70	1.70	-	2-3級

表-4 エンジ(濃色)

染料の組み合わせ(部)											耐光堅ろう度
										式08	
	式00	式09	式20	式02	式03	式04	式05	式06	式07	式08	
実施例4	1.34	-	-	0.15	0.50	0.50	0.50	0.40	0.40	0.40	4級
比較例10	-	2.50	-	-	0.95	0.95	0.95	0.72	0.72	-	3-4級
比較例11	-	-	2.50	-	0.95	0.95	0.95	0.72	0.72	-	3-4級
比較例12	-	1.25	1.25	-	0.95	0.95	0.95	0.72	0.72	-	3-4級

表-1 ページュ色(極淡色)

	染料の組み合わせ(部)										耐光堅ろう度
	式00	式01	式02	式03	式04	式05	式06	式07	式08		
実施例1	0.13	-	-	0.003	0.01	0.01	0.01	0.03	0.03	0.03	4級
比較例1	-	0.25	-	-	0.03	0.03	0.03	0.05	0.05	-	3-4級
比較例2	-	-	0.25	-	0.03	0.03	0.03	0.05	0.05	-	3-4級
比較例3	-	0.13	0.13	-	0.03	0.03	0.03	0.05	0.05	-	3-4級

表-2 茶色(中色)

	染料の組み合わせ(部)										耐光堅ろう度
	式00	式09	式20	式02	式03	式04	式05	式06	式07	式08	
実施例2	0.40	-	-	0.01	0.04	0.04	0.04	0.20	0.20	0.20	4級
比較例4	-	0.85	-	-	0.12	0.12	0.12	0.30	0.30	-	2-3級
比較例5	-	-	0.85	-	0.12	0.12	0.12	0.30	0.30	-	2-3級
比較例6	-	0.43	0.43	-	0.12	0.12	0.12	0.30	0.30	-	2-3級

実施例5

実施例1において式(21)の微粒子化した紫外線吸収剤の代わりに式(22)の微粒子化した紫外線吸収剤を用い、同様にポリエステル布を染色し、ページュ色の染色物を得た。

この染色物の耐光堅牢度は、実施例1と同等で優れていた。

実施例6

実施例1において、式(21)の微粒子化した紫外線吸収剤の代わりに式(23)の微粒子化した紫外線吸収剤4部を用い、同様にポリエステル布を染色しページュ色の染色物を得た。

この染色物の耐光堅牢度は優れていた。

実施例7

実施例1にいて、紫外線吸収剤を用いずに同様にポリエステル布を染色しページュ色の染色物を得た。この染色物の耐光堅牢度は優れていた。

実施例8

微粒子化例1で調製した式00、式02、式03、

式04、式09の微粒子化染料（使用量は表-5に示す）及び式(21)の微粒子化した紫外線吸収剤2部を含有する3000部の染料の分散液の染浴をつくり、実施例1と同様にしてポリエステル布を染色した。染色物は濃いオレンジ色を呈し、耐光堅牢度は優れていた。

比較例として式01の化合物の代りに式09、式04の化合物を用い前記と同様に染色し、耐光堅牢度を比較した。その結果を表-5に示した。実施例8は耐光性が優れるばかりでなく、両者の染色物の濃度は同等になる様調整したが、この時、実施例8の染料使用量は比較例13の約30%と少なく、経済的効果は顕著であった。

表-5 オレンジ色(染色)

	染料の組み合わせ(部)						耐光堅牢度
	式01	式09	式04	式02	式03	式04	
実施例8	0.85	-	-	0.04	0.18	0.18	4級
比較例13	-	0.75	0.75	-	0.95	0.95	3-4級

実施例 9

微粒子化例3で調製した微粒子化染料0.253部及び前記式(21)の紫外線吸収剤微粒子化物2部を含有する3000部の染料分散液の染浴をつくり、実施例1と同様にしてポリエステル布を染色した。染色物はベージュ色を呈し、その耐光堅牢度は実施例1と同等であり優れていた。

実施例 10

微粒子化例4で調製した微粒子化染料2.05部及び前記式(21)の紫外線吸収剤微粒子化物2部を含有する3000部の染料分散液の染浴をつくり、実施例1と同様にしてポリエステル布を染色した。染色物はグリーン色を呈し、その耐光堅牢度は優れていた。

一方、式01の化合物の代りに式09、式04の化合物も用い、染色物の染色濃度が同等になる様調整したものを比較例14として表-6に掲げた。その結果、本発明は耐光堅牢度が優れる事はもちろん経済性も優れていた。

表-6 グリーン色(染色)

	染料の組み合わせ(部)						耐光堅牢度
	式01	式09	式04	式02	式03	式04	
実施例10	0.85	-	-	0.04	0.40	0.40	4級
比較例14	-	0.85	0.85	0.42	0.42	0.42	3-4級

〔耐光堅ろう度試験方法〕

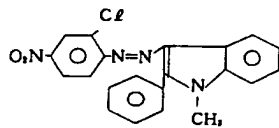
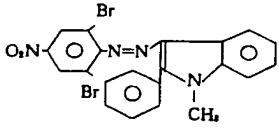
染色物にウレタンフォームを裏打ちしたものにフェードメーター（ブラックパネル温度 $83^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 、300時間）カーボンアーク灯に用いて照射し照射部分の変褪色を J I S L-0804 の変褪色用グレースケールにて判定した。

実施例 11

微粒子化例 1 で調製した式 01、式 03、式 04、式 05、式 07 及び式 08 の微粒子化染料をそれぞれ、0.4 部、0.06 部、0.06 部、0.2 部、0.2 部、0.2 部を含有する 3000 部の染料分散液の染浴をつくり、実施例 1 と同様な方法でポリエステル布を染色した。染色物の茶色を呈し、その耐光堅牢度は優れていた。

実施例 12

微粒子化例 1 で調製した式 01、式 02、式 03、式 04、式 05、式 06 及び式 07 の微粒子化染料をそれぞれ、1.34 部、0.15 部、0.5 部、0.5 部、0.5 部、0.6 部、0.6 部を含有する 3000 部の染料分散液の染浴をつくり、実施例 1 と同様な

	式 01 のかわりに使用した染料	耐光堅ろう度
実施例 15		4 級
実施例 16		4 級

実施例 17～20

実施例 2 中の式 02 の染料の代わりに表 - 8 に示す染料を用いて他は実施例 2 と同様な方法で染色した茶色（中色）の染色物を得た。耐光堅ろう度を試験したところ表 - 8 に示す様に優れた耐光堅ろう度を有していた。

な方法でポリエステル布を染色した。染色物は濃いエンジ色を呈し、その耐光堅牢度は優れていた。

実施例 13～16

実施例 1 中の式 01 の染料の代わりに表 - 7 に示す染料を用いて他は実施例 2 と同様な方法で染色し茶色（中色）の染色物を得た。耐光堅ろう度を試験したところ表 - 7 に示す様に優れた耐光堅ろう度を有していた。

表 - 7

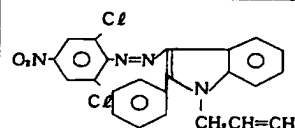
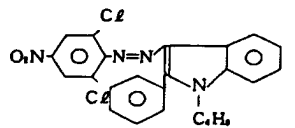
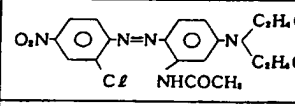
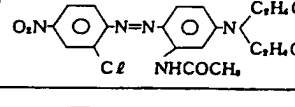
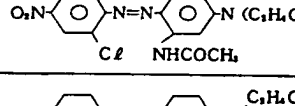
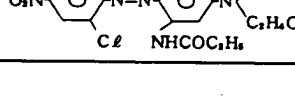
	式 01 のかわりに使用した染料	耐光堅ろう度
実施例 13		4 級
実施例 14		4 級

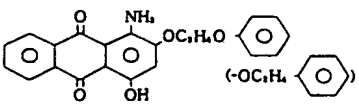
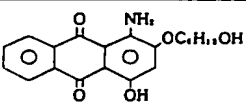
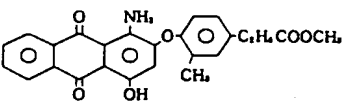
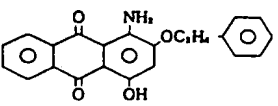
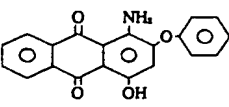
表 - 8

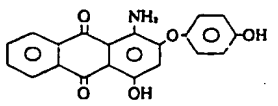
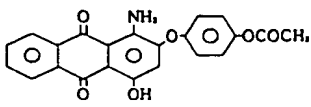
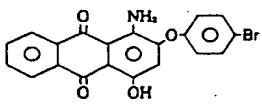
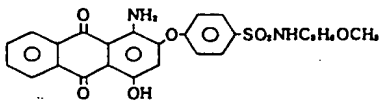
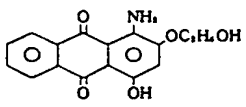
	式 02 のかわりに使用した染料	耐光堅ろう度
実施例 17		4 級
実施例 18		4 級
実施例 19		4 級
実施例 20		4 級

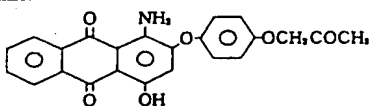
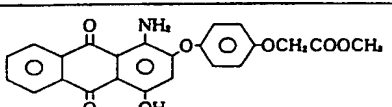
実施例 21～32

実施例 2 中の式 03 の染料の代わりに表 - 9 に示す染料を用いて他は実施例 2 と同様な方法で染色し茶色（中色）の染色物を得た。耐光堅ろう度を試験したところ表 - 9 に示す様に優れた耐光堅ろう度を有していた。

表-9

	式03のかわりに使用した染料	耐光堅ろう度
実施例21		4 級
実施例22		4 級
実施例23		4 級
実施例24		4 級
実施例25		4 級

	式03のかわりに使用した染料	耐光堅ろう度
実施例26		4 級
実施例27		4 級
実施例28		4 級
実施例29		4 級
実施例30		4 級

	式03のかわりに使用した染料	耐光堅ろう度
実施例31		4 級
実施例32		4 級

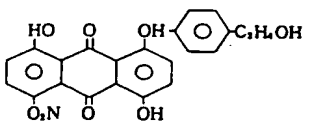
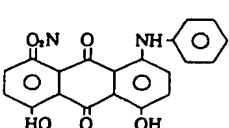
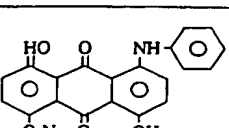
実施例 33

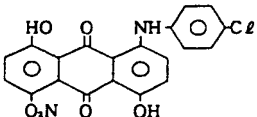
実施例 2 中の式 08 の染料の代わりに表 - 10 に示す染料を用いて他は実施例 2 と同様の方法で染色した茶色（中色）の染色物を得た。耐光堅ろう度を試験したところ表 - 10 に示す様に優れた耐光堅ろう度を有していた。

実施例 34～37

実施例 2 中の式 07 の染料の代わりに表 - 11 に示す染料を用いて他は実施例 2 と同様の方法で染色した茶色（中色）染色物を得た。耐光堅ろう度を試験したところ表 - 11 に示す様に優れた耐光堅ろう度を有していた。

表-11

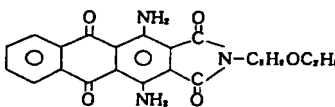
	式07のかわりに使用した染料	耐光堅ろう度
実施例34		4 級
実施例35		4 級
実施例36		4 級

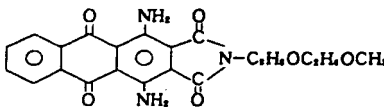
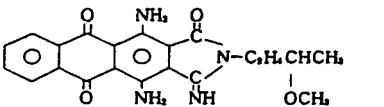
	式07のかわりに使用した染料	耐光堅ろう度
実施例37		4 級

実施例 38～40

実施例 2 中の式 08 の染料の代わりに表 - 12 に示す染料を用いて他は実施例 2 と同様の方法で染色した茶色（中色）染色物を得た。耐光堅ろう度を試験したところ表 - 12 に示す様に優れた耐光堅ろう度を有していた。

表-12

	式08のかわりに使用した染料	耐光堅ろう度
実施例38		4 級

	式08のかわりに使用した染料	耐光堅ろう度
実施例39		4 級
実施例40		4 級

発明の効果

ベージュ色、茶色、エンジ色、オレンジ色、グリーン色の淡色から濃色まで幅広い色相範囲において高耐光堅ろう度を与える分散染料組成物又は染色法が確立された。

特許出願人 日本化薬株式会社